



Centre  
de coopération  
internationale  
en recherche  
agronomique  
pour le  
développement

Département  
des cultures  
pérennes  
Cirad cp

## **RAPPORT DE MISSION AU CAMBODGE**

**Appui technique au laboratoire de l'I.R.C.C.**

**2<sup>ème</sup> Rapport intermédiaire**

**du 1<sup>er</sup> au 12 Novembre 1999**

6, Rue du  
Général Clergerie  
75116 Paris  
France  
téléphone :  
01 53 70 20 00  
télécopie :  
01 53 70 21 45  
<http://www.cirad.fr>

EPIC-SIRET  
331 596 270 000 24  
RCS Paris B  
331 596 270

# **RAPPORT DE MISSION AU CAMBODGE**

**Appui technique au laboratoire de l'I.R.C.C.**

**2<sup>ème</sup> Rapport intermédiaire**

**du 1<sup>er</sup> au 12 Novembre 1999**

J. Sainte Beuve

Doc CP SIC n° 1219

## SOMMAIRE

	pages
I - INTRODUCTION .....	1
II - LOCAL .....	2
III - EQUIPEMENTS .....	3
IV - RESULTATS D'ANALYSE .....	7
V - FORMATION .....	8
VI - ESSAIS INTER-LABORATOIRES .....	9
VII - PLANNING DES FUTURES MISSIONS .....	9
VIII - CONCLUSION .....	9

### ANNEXES :

Annexe 1 : Chronologie

Annexe 2 : Homogénéité de la température de la nouvelle plaque chauffante

Annexe 3 : Procédure d'analyse de la teneur en impuretés

Annexe 4 : Utilisation du Kempep 88

Annexe 5 : Résultats des essais inter-laboratoires de juillet 1999

## I - INTRODUCTION

La mise en place du laboratoire de spécification de l'IRCC a été entreprise en 1994 grâce à l'appui financier du Ministère des Affaires Etrangères. Ce laboratoire est pratiquement opérationnel aujourd'hui excepté pour certaines mesures qui font partie des schémas internationaux de spécification. La mise au point de certaines procédures d'analyses est encore nécessaire pour pouvoir positionner ce laboratoire au niveau international. Trois missions d'appui ont été jugées nécessaires pour achever la mise en place de ce laboratoire qui devra pouvoir faire partie d'un réseau de laboratoire agréé au niveau international.

Les termes de référence étaient les suivants :

- procéder à l'implantation du plastomètre Wallace ;
- mise en place des procédures pour la réalisation de cette mesure et celle du PRI ;
- finaliser l'ensemble des procédures des analyses suivant la Norme ISO 2 000 ;
- lancer les premiers essais inter-laboratoires avec le laboratoire accrédité du CIRAD ;
- inventorier les besoins en formation ;
- proposer un protocole d'essai parallèle périodique avec le CIRAD.

Cette deuxième mission rentre dans le cadre de cet appui technique à l'IRCC.



## II - LOCAL

### II.1 - Généralités

Nous ne reviendrons pas sur l'environnement nécessaire à la bonne exécution des analyses dans le cadre d'un laboratoire agréé ce qui a fait l'objet d'un chapitre dans le précédent rapport<sup>1</sup>. Nous avons remarqué que les taches d'humidité sont toujours présentes sur les murs de la pièce du rez-de-chaussée correspondant à la salle d'essai physique. Nous rappelons que la ventilation est importante pour essayer d'assécher cette pièce. On prendra garde à ne pas éteindre les climatiseurs qui pourront contribuer de façon efficace à l'assèchement de l'air.

Des rangements ont été créés sous les paillasses dans les différentes pièces du laboratoire ce qui permet de ranger les pièces détachées en dessous de chaque appareil suivant en cela nos recommandations.

Certains appareils nécessitent une alimentation en air comprimé (< 6 bars) comme le viscosimètre Mooney ; un compresseur a donc été acheté dans le cadre de ce projet.

Bien entendu on veillera à assurer le nettoyage et la propreté de toutes les pièces du laboratoire.

La modification du seuil d'entrée du portail de l'Institut de Recherches a été réalisée. Cette surélévation a permis d'éviter l'inondation des pièces du rez-de-chaussée du laboratoire par forte pluie.

Malheureusement il reste encore certains travaux à réaliser car les bureaux des chefs de laboratoire, la pièce pour la couleur et la pièce pour la production d'eau déminéralisé sont encore inondées. On pourra, par exemple, rabaisser le niveau du jardin de 20 à 30 cm ce qui permettra la création d'un bassin de rétention d'eau pendant les fortes pluies.

L'effort consenti pour améliorer cette situation doit donc être encore poursuivi.

Nous avons noté qu'un certain nombre de travaux avaient été réalisés comme par exemple :

- l'affichage de certaines procédures d'utilisation en langue khmère ;
- l'inventaire du matériel existant au laboratoire, chaque appareil ayant reçu un numéro spécifique.

Par contre, le tableau récapitulatif des fréquences de contrôle des appareils de laboratoire devra être conservé par les chefs de laboratoire et non pas affiché derrière chaque appareil. On écrira des fiches de maintenance spécifique qui seront exposées.

---

<sup>1</sup>RAPPORT DE MISSION AU CAMBODGE - Appui technique au laboratoire de l'I.R.C.C., 1<sup>er</sup> Rapport intermédiaire - 12 au 24 Juillet 1999.

Les portes coulissantes des hottes de la pièce chaude devront être modifiées pour permettre leur utilisation par les laborantins. Actuellement ces panneaux sont trop lourds car ils ne possèdent pas de contrepoids. Il faut donc adapter un système de poulie/poids pour que ces panneaux puissent se soulever aisément.

## **II.2 - Stockage des produits chimiques et de la verrerie**

Les produits chimiques récemment achetés en Malaisie ne font, pour l'instant, l'objet d'aucun rangement particulier. Dans notre précédent rapport nous avons mentionné les critères de classement possibles. Il est important de les suivre. Une étagère devra être placée dans la pièce réservée spécialement au stockage des produits chimiques et au dessus d'une des paillasses pour pouvoir ranger aisément tous les produits chimiques. On retiendra aussi l'importance des fiches de sécurité qui doivent être livrées avec chaque produit chimique ce qui ne semble pas avoir été fait.

N'oublions pas que les laborantins de l'IRCC travaillent toute la journée au contact de ces produits en particulier des solvants très volatils. Leur santé et leur vie en dépendent.

Toute l'ancienne verrerie a été soigneusement rangée sur les étagères dans l'ex-garage, les vieux cartons sont partis à la décharge et le bois semble avoir été traité avec un produit chimique contre les termites.

## **III - LES EQUIPEMENTS**

### **III.1 - L'inventaire**

L'inventaire du matériel a été fait suivant les indications données précédemment. Il reste à le compléter avec le matériel récemment acquis. On en profitera pour l'améliorer avec les éléments suivants:

- \* la description technique du matériel avec sa consommation électrique ;
- \* la date de mise en service ;
- \* la description des éléments associés dans le but de faciliter la traçabilité : c'est la notion de chaîne.

### **III.2 - Le guide d'utilisation**

Une notice d'utilisation doit être rédigée à partir de celle fournie par le constructeur. Elle doit être avant tout compréhensible par l'utilisateur, disponible à tout moment et contenant des instructions claires sur la mise en route, la manipulation de l'appareil, les réglages, l'étalonnage, etc ..



### III.3 - La maintenance

Elle doit être permanente et faire l'objet d'une attention de tous les instants. Suivant les équipements, elle peut être faite en interne ou sous traitée à un organisme extérieur.

a / en interne

Il faut pouvoir surveiller le fonctionnement de chaque appareil et pour cela :

- \* maîtriser les points critiques ;
- \* établir et respecter les consignes de vérification ;
- \* consigner les informations recueillies sur des fiches de maintenance et d'intervention de façon à pouvoir retracer l'historique de chaque appareil.

Dans la pratique, il apparaît que le suivi de la maintenance est plus efficace si les fiches sont réalisées sur un support papier plutôt que sur un support informatique.

b/ en externe

Si le laboratoire ne possède pas les compétences techniques pour réaliser le suivi de la maintenance, il peut être sous traité à un organisme compétent par l'intermédiaire d'un contrat de maintenance. Il devra mentionner le prestataire et décrire les opérations contractuelles, leur périodicité et la date d'effet. Les contrats de maintenance doivent être localisés dans le laboratoire lui même et les fiches d'intervention doivent être gardées avec les papiers du matériel.

### III.4 - La plaque chauffante

Une nouvelle plaque chauffante a été achetée en Malaisie par l'IRCC. Malheureusement elle a été livrée sans plan ni manuel d'instruction. D'autre part, la taille de la plaque - 85 cm de profondeur - ne lui permet pas de rentrer sous les hottes construites à cet effet. Avant d'agrandir les deux hottes, un test d'homogénéité de la température a permis de vérifier la faible constance des valeurs de la température sur la majeure partie de la surface de cette nouvelle plaque (voir résultats en annexe 2). Aux vues des résultats, il semblerait qu'il existe de fortes disparités entre le centre et les cotés de la plaque. Il convient donc de quantifier les écarts de température avec des erlens remplis de solvant et ainsi délimiter la partie de la plaque où la température est relativement homogène (variation de l'ordre de  $\pm 3$  °C).

D'autre part, la position des trois sondes de surface n'a pas été spécifiée par le fabricant. Pour l'instant, elles ont été placées sous la plaque en métal et au contact d'elle, de façon à être le plus proche possible de la température réelle de la plaque. Mais il faudra obtenir les informations du fournisseur à ce sujet.

Vue la puissance demandée - 40 A sous 380 V - une ligne électrique directe devra être tirée du compteur général du bâtiment jusqu'à l'armoire électrique livrée avec la plaque. Un électricien a été contacté et un devis a été remis et accepté. Le travail devrait être fini avant la fin du mois de Novembre.

### **III.5 - Le consistomètre Mooney**

Un nouveau compresseur a été acheté. Des essais ont permis de mettre en évidence des problèmes électriques liés à un mauvais branchement dans une prise murale. Des fusibles ont dû être remplacés. Malheureusement nous n'avons pas retrouvé les mêmes à Phnom Penh. Il faudra donc ramener un jeu de trois fusibles de France - ref : 6A - 500 V. D'autre part, un contacteur ne semble pas fonctionner. Un autre du même type - ref MOELLER DIL EM4 - sera donc acheté en France auprès du fabricant et renvoyé à l'IRCC par le prochain missionnaire.

Le compresseur devra être placé à l'extérieur du bâtiment pour des raisons de nuisance sonore; un raccordement en électricité et en air comprimé devra être réalisé. Un devis a été fait et accepté.

### **III.6 - Le distillateur d'eau GFL**

Toutes les recommandations préconisées dans notre dernier rapport ont été suivies. L'appareil continue de chauffer mais de façon moins dramatique. Sachant que l'IRCC a acheté un autre appareil en Malaisie, nous conseillons de garder le neuf comme matériel de rechange en cas de problème.

### **III.7 - Le plastomètre et son étuve Wallace**

Un kit de calibration a été acheté directement en Angleterre et ramené à l'IRCC. Tout le matériel pour la calibration et l'étalonnage du plastomètre est donc disponible sur place.

L'IRCC s'est procuré du papier à cigarette de marque TST Orange, seul habilité pour les analyses de la plasticité.

Quand à l'étuve Wallace, l'IRCC peut dorénavant vérifier et corriger la valeur de la température à l'intérieur de l'étuve ( $140 \pm 0,2^\circ \text{C}$ ) grâce à un multimètre - AOIP type MNP54 - très précis acheté dans le cadre de ce projet. Une calibration a été refaite pendant cette mission. Aucune pièce détachée n'a été retrouvée pour l'emporte pièce. Il est donc nécessaire d'en commander certaines, en particulier :

- deux cônes de découpe ;
- 10 rondelles en aluminium.

Enfin nous avons noté que l'IRCC s'était équipé de deux comparateurs d'épaisseur de type mécanique MITUTOYO et avait commandé un plastomètre MK V type P14/2.

### **III.8 - Le mélangeur LESCUYER**

Des pièces détachées ont été commandées dans le cadre de ce projet directement chez le fabricant du malaxeur afin de le rendre compatible avec la Norme en vigueur. Une poulie et sa douille conique, deux courroies ont été changées pour permettre une vitesse de  $24 \pm 1 \text{ tr/min}$  sur le cylindre avant. Deux courroies supplémentaires ont été achetées comme pièces détachées.



La fiche de maintenance devra être affichée au mur près du malaxeur pour permettre le suivi journalier de cet appareil .

Le système de sécurité du mélangeur LESCUYER ML 150 (1993 - N° de série : 2583) ne semble pas fonctionner normalement dans la mesure où les deux barres de sécurité situées au dessus des deux cylindres coupent uniquement l'alimentation électrique du moteur ce qui a pour conséquence de ne pas arrêter instantanément la rotation des cylindres ni de les faire tourner à l'envers comme il devrait le faire. De même, il existe bien des contacts électriques sur les deux parois - au niveau des genoux devant et derrière le mélangeur - mais qui semblent totalement inopérants. Une lettre de réclamation a été faite auprès du fournisseur pour avoir des informations supplémentaires et essayer de corriger le système défaillant.

D'autre part, le disjoncteur du mélangeur n'a pas été changé contrairement à ce qui avait été préconisé. Il est indispensable qu'il soit remplacé par un neuf de façon à empêcher tout risque d'électrocution.

Enfin l'écartement des cylindres ne pouvant pas descendre en dessous de 0.3 mm, une demande a été faite auprès du fournisseur (TECHNO LOIRE) pour qu'il propose une solution technique. Une modification de l'intervalle a été réalisée permettant la réalisation de plaque adaptée. Nous l'avons fixé à 0.05 mm Toutefois il ne faudra **jamais utiliser ce mélangeur avec des températures supérieures ou égales à 100° C** sous peine de détériorer la structure du mélangeur.

### III.9 - Les balances

La balance METTLER PM 3000 N° de série SNR N8936 indique 8.5 g pour un poids étalon de 10 grammes. En réalité c'est toute la procédure de calibration qui ne fonctionne pas. Elle est donc hors service et a été amenée chez un réparateur agréé - Europe Continent - pour un devis.

Un autre trébuchet a été trouvé par l'IRCC de marque SARTORIUS et qui a fait l'objet d'une mise en place. Malheureusement il a dû être envoyé chez un réparateur agréé - Europe Continent - un affichage incorrect empêchant la moindre mesure. Un devis de réparation a été demandé.

Deux nouvelles balances de marque PRECISA portée 200 g ont été achetées par l'IRCC; l'une d'elle a eu un verre latéral cassé pendant son transport. Il est donc indispensable que l'IRCC fasse le nécessaire pour la remettre en état de marche.

### III.10 - L'appareil de dosage d'azote

Un ensemble de verrerie et de plaques chauffantes a été racheté en Malaisie par l'IRCC pour servir d'équipements de rechange si les appareils existants venaient à tomber en panne. Malheureusement les deux systèmes ne sont pas compatibles entre eux puisque le volume des matras utilisés dans un cas est de 30 ml et dans l'autre de 250 ml.

En cas de changement d'appareil c'est toute la procédure de mesure qu'il faudra adapter vue la Norme utilisée <sup>2</sup>. Des essais seront donc réalisés lors de la prochaine mission.

### **III.11 - Le four à moufle et étuves**

Un nouveau four à moufle de marque Thermolyne ainsi que 300 creusets en porcelaine sont arrivés à l'IRCC . De même deux étuves MEMMERT type 400 et 500 ont été livrées.

### **III.12 - L'appareil pour mesurer la couleur**

L'IRCC a acheté un ensemble d'équipements pour réaliser la détermination de la couleur suivant l'échelle LOVIBOND conformément à la Norme ISO 4660. Malheureusement le système acquis n'est pas compatible avec les anciens équipements qui fonctionnent parfaitement. En fait les moules étant plus grands, les échantillons ne peuvent pas être utilisés avec l'ancien système et il manque les disques de référence pour pouvoir comparer les échantillons moulés.

Nous conseillons donc de faire fabriquer des moules pour le colorimètre comme stipulé dans le recueil de procédure et notre dernier rapport.

## **IV - PROCEDURES D'ANALYSE**

### **IV.1 - Teneur en impuretés**

La procédure actuellement suivie ne correspond pas tout à fait à celle recommandée par la Norme. Il faut essayer de s'y tenir de façon très rigoureuse car beaucoup de facteurs sont susceptibles d'influer sur le résultat final. La procédure à suivre rigoureusement par tout le personnel du laboratoire est rappelée en annexe 3. L'arrivée de nouveaux produits chimiques à l'IRCC va permettre d'obtenir des résultats plus fiables.

Une étude a été lancée pour apprécier l'efficacité du nouveau peptisant : KEMPEP 88 ; voir protocole en annexe 4.

Un autre solvant - le toluène - a pu être acheté et devra servir pour éliminer le gel au niveau des tamis.

Certaines données techniques sur le kérosène utilisé par le laboratoire ont pu être obtenu de la part d'un laboratoire indépendant. On peut remarquer un point Flash COC de 68° C et PMPP de 48° C. Il faut donc redoubler de vigilance quand on emploie ce type de solvant. Je rappelle que le point éclair ou point Flash d'un liquide correspond à une température à partir de laquelle les vapeurs émanants de ce liquide pourront s'enflammer à la moindre présence d'une source d'inflammation comme par exemple : flamme, étincelle d'un interrupteur, résistance d'une calotte chauffante, etc ...Il faut donc toujours travailler sous hotte ventilée de façon à rejeter à l'extérieur les vapeurs nocives.

---

<sup>2</sup>Détermination de la teneur en azote dans le caoutchouc naturel par la méthode de Kjeldahl selon ISO 1656



#### IV.2 - Teneur en azote

Le support boy qui soutient la burette de l'appareil de Bouat et Crouzet n'est plus opérationnel ; la vis de réglage de la hauteur du plateau supérieur étant bloqué. D'autre part, il manque un pied sur les quatre et le bouton de réglage de la hauteur a disparu. Il convient donc d'en racheter un neuf.

Les produits chimiques utilisés ont tous été remplacés, de nouveaux ont été achetés en Malaisie comme par exemple :

- l'hydroxyde de sodium sous forme de pellets – concentration à 98 %, origine malaise, quantité : 12 kg ;
- l'hydroxyde de sodium sous forme de poudre – concentration à 98 %, origine malaise, quantité : 12 kg ;
- l'acide sulfurique à 95-98 % – origine anglaise - marque R&M conforme à l'ACS, quantité : 10 litres ;
- acide borique - sans marque, concentration inconnue, quantité : 3 kg ;
- sulfate de potassium extra pure – origine allemande, marque HmbG, quantité : 3 kg
- sulfate de cuivre - sans marque, concentration inconnue, quantité : 3 kg ;
- sélénium en poudre – origine australienne, marque UNIVAR, quantité : 200 g ;
- teepol - sans marque, quantité : 20 litres ;
- methylated spirit - sans marque, quantité 4.5 litres. Ce produit est en réalité constitué de 5 % de méthanol et de 95 % d'éthanol le rendant ainsi impropre à la consommation locale.

L'obtention de produits chimiques dans la Sous Région est une bonne chose car les prix y sont certainement très concurrentiels mais à condition que les produits soient de qualité et que les garanties soient les mêmes. Il faut donc que les fiches techniques de tous ces produits chimiques soient obtenues de façon à adapter les procédures d'analyses en fonction de leur pureté, de leur concentration, etc ...

#### V - FORMATION

Monsieur Christian CLOUX avait initié un programme de formation complémentaire pour les laborantins et les responsables du laboratoire avec l'appui technique de l'Institut de Technologie du Cambodge (ITC). Ce programme avait été revu avec les responsables de l'ITC et de l'IRCC lors de notre dernière mission en Juillet 1999. Les cours ont commencé depuis le 1er Octobre et se termineront fin Novembre.

Une rapide enquête auprès des laborantines qui ont suivi la formation, a révélé une certaine difficulté pour assimiler le contenu des cours. C'est pourquoi une réunion a été organisée avec des professeurs de l'ITC pour réorienter le reste des cours, en particulier concernant la formation sur le dosage d'azote. On privilégiera le coté pratique au détriment de l'aspect théorique. Il est nécessaire que les laborantines comprennent les différentes étapes de la méthode Kjeldahl et que leur esprit critique soit exacerbé. Les professeurs khmères ont été invités à faire les travaux pratiques avec l'appareil de Bouat et Crouzet de l'IRCC.



Cette composante me paraît primordiale pour la suite du projet et devra, même, être renforcée dans les années à venir

D'autre part, il serait nécessaire de traduire en khmère un certain nombre de documents qui leur ont été remis.

## **VI - ESSAIS INTER LABORATOIRES**

Des échantillons de caoutchouc, amenés de France, ont pu être analysés à l'IRCC et les résultats ont fait l'objet d'une analyse statistique jointe en annexe 5. Cette analyse montre que la détermination des cendres et de la couleur sont bien assimilées, les résultats étant conformes à ceux trouvés par le laboratoire du CIRAD. Par contre, les autres analyses demandent à être approfondies, en particulier, le dosage des impuretés et la plasticité Wallace.

## **VII - PLANNING DES FUTURES MISSIONS**

La prochaine mission aura lieu en Février - Mars 2000 et permettra de juger des dérives dans les procédures et sur les résultats d'analyses.

Cette mission devra aussi :

- finaliser la concentration optimale du solvant - Kempep 88 - à utiliser pour le dosage des impuretés ;
- finaliser la localisation des bechers sur la nouvelle plaque chauffante ;
- vérifier la procédure de dosage d'azote ;
- mettre en place le nouveau contacteur du viscosimètre Mooney ainsi que la procédure d'analyse de la viscosité Mooney ;
- participer à la formation d'un cycle d'initiation en informatique et statistique ;
- vérifier les procédures de calibration du plastomètre et de l'étuve ;
- finaliser la mise en place des fiches de maintenance et de suivi pour chaque appareil ;
- synthèse des premiers essais inter laboratoires ;
- organisation de réunions techniques entre les responsables du laboratoire de l'IRCC et des usines de production du Cambodge.

## **VIII - CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS**

Depuis ma dernière mission en Juillet 1999, les deux responsables du laboratoire ont suivi les recommandations décrites dans le dernier rapport de mission. Nous avons noté, entre autres, l'affichage de procédures écrites en français et en khmère au dessus ou à côté de certains appareils de mesure, un inventaire de tous les appareils du laboratoire, la présence de nouveaux appareils de laboratoire parfaitement complémentaires de ceux déjà présents et enfin des produits chimiques pour le dosage de l'azote et des impuretés.

On peut cependant regretter l'achat de certains appareils qui ne nous paraissent pas très utiles pour l'instant comme, par exemple, un système pour mesurer la couleur, incomplet et qui n'est pas compatible avec l'ancien système. Alors que d'autres, indispensables, n'ont toujours pas été achetés comme par exemple le disjoncteur (triphase pour moteur de 7.5 KW) qui doit être placé près du malaxeur. La balance à plateau ou trébuchet ( ref : Mettler PM 3000) fait l'objet d'une demande de devis de réparation.

Il reste encore à actualiser l'inventaire des pièces détachées.

Une liste des produits chimiques sera établie où devra figurer, en particulier, la date d'achat, la date de péremption, la fiche de sécurité et le nom du fournisseur. Ceci doit permettre une bonne gestion du stock des produits chimiques. Les manuels d'utilisation et les manuels d'entretien devront être rassemblés dans un même document, certaines fiches devront faire l'objet d'un affichage mural.

Cependant, il reste certains documents à rédiger comme les fiches d'entretien du mélangeur et du plastomètre. Les fiches de calibration déjà rédigées seront posées sur la paillasse à côté de chaque appareil.

Les dernières pluies tropicales ont montré que les dernières modifications effectuées pour empêcher l'eau de rentrer dans le laboratoire, principalement en provenance de la route, étaient assez efficaces. En effet, la pièce du mélangeur et la salle d'essai physique sont restées sèches, par contre, la pièce couleur et les bureaux des responsables sont encore inondées. Il est donc important de continuer les travaux pour assécher totalement le laboratoire. Nous proposons de créer un bassin de décantation près du laboratoire et pour cela, rabaisser le niveau du jardin d'environ 30 cm..

Toutes ces dispositions doivent permettre au laboratoire de l'IRCC d'être reconnu bientôt au niveau national et international en tant que laboratoire de référence. Cette reconnaissance sera pérennisée si les compétences sont accrues au niveau du laboratoire. Il nous paraît important d'envisager, dès maintenant, la formation de deux thésards en France, sous forme de thèse alternée par exemple, qui auraient, d'une part, une activité scientifique au sein de l'IRCC et d'autre part, une activité d'enseignement, à l'ITC par exemple, pour former d'autres ingénieurs dans le domaine du caoutchouc naturel. Ce renforcement des ressources humaines dans le domaine de la technologie à l'IRCC me paraît être la seule voie possible pour pérenniser la reconnaissance du laboratoire.

## **ANNEXES**

## **Annexe 1**

### **Chronologie de la mission**



**Dimanche 31 Octobre** : Départ de Montpellier par avion, escale à Roissy . Nuit à Paris suite à un incident mécanique sur le Boeing 747 d'Air France

**Lundi 1 Novembre** : Départ pour Phnom Penh

**Mardi 2 Novembre** : Arrivée à Phnom Penh

**Mercredi 3 Novembre** : Visite du laboratoire avec MM Hun Kim Sam et Che Pitou  
Contrôle du matériel récemment acheté par l'IRCC.

**Jeudi 4 Novembre** : Modification du mélangeur pour le rendre compatible avec la Norme : changement d'une poulie et des courroies. Nouveaux protocoles pour le dosage des impuretés. Etude de la nouvelle plaque chauffante et demande de renseignements complémentaires sur le câblage électrique.

**Vendredi 5 Novembre** : Achat de nouvelles courroies pour le mélangeur. Réglage de l'écartement des cylindres. Mise en réparation d'un trébuchet de marque SARTORIUS.  
Suivi du nouveau protocole sur le dosage des impuretés.

**Samedi 6 Novembre** : Rédaction des procédures d'analyse

**Dimanche 7 Novembre** : Rédaction du rapport de mission

**Lundi 8 Novembre** : Suivi du protocole sur le dosage des impuretés et première interprétation.  
Achat du compresseur et mise en place.

**Mardi 9 Novembre** : Fête nationale

**Mercredi 10 Novembre** : Etalonnage du plastomètre et de son étuve. Analyse des premiers résultats sur le protocole impureté. Discussion avec un responsable de l'ITC sur le programme de formation suivi par les laborantins de l'IRCC. Modifications du contenu de la formation.

**Jeudi 11 Novembre** : Etude du protocole de dosage d'azote et essais de mise en route du viscosimètre Mooney. Discussion sur les résultats des premiers essais inter laboratoires.

**Vendredi 12 Novembre** : Réunions avec Monsieur Chéron et Monsieur Dastugue de l'Ambassade de France. Départ pour Paris.

## **Annexe 2**

### **Homogénéité de la température de la nouvelle plaque chauffante**

**TEMPERATURES MESUREES EN 6 PTS DE LA PLAQUE**  
THERMOSTAT 140

TEMPS MIN.	POSITION					
	1	2	3	4	5	6
5	32	35	35	38	42	42
10	43	43	46	50	53	59
15	52	51	60	70	69	75
20	66	60	65	77	74	82
25	60	59	67	80	78	86
30	67	67	70	80	85	90
35	73	72	74	85	80	92
40	71	72	77	91	87	97
45	70	70	75	85	84	96
50	79	77	78	91	86	97
55	72	73	79	96	90	99
60	79	76	79	99	91	100
65	80	83	85	98	91	95
70	79	75	86	100	92	100
75	76	80	84	97	93	100
80	88	82	86	100	92	101
85	88	80	86	101	84	103
90	91	84	87	94	86	98
95	88	79	82	103	95	99
100	87	83	88	103	95	102
105	91	82	90	103	96	103
110	86	83	86	103	97	101
115	88	82	86	104	96	102
120	95	84	88	102	92	102
125	95	86	87	103	87	102
130	96	87	89	104	99	105
135	96	86	89	103	99	104
140						
145						
150						
155						
160						
165						
170						
175						
180						



**TEMPERATURES MESUREES EN 6 PTS DE LA PLAQUE**  
THERMOSTAT 180

TEMPS MIN.	POSITION					
	1	2	3	4	5	6
5	37	42	41	48	55	54
10	56	59	65	79	69	81
15	82	74	84	105	93	104
20	97	89	101	129	103	117
25	94	86	95	132	107	124
30	107	95	103	138	119	135
35	114	97	101	142	118	136
40	119	100	111	143	119	135
45	119	102	111	145	120	130
50	111	91	105	130	120	135
55	119	101	103	141	124	132
60	119	102	105	143	121	137
65	127	105	113	143	122	133
70	109	103	108	140	107	133
75	119	106	112	154	112	126
80	119	105	113	136	122	134
85	120	104	105	141	121	134
90	115	102	108	142	123	135
95	123	105	110	143	123	137
100	122	103	114	138	122	135
105	122	103	108	139	121	132
110	121	104	105	140	120	133
115	116	102	112	142	121	135
120	123	103	110	143	121	135
125	115	100	110	138	119	133
130	110	103	106	134	116	134
135	119	102	111	142	119	140
140						
145						
150						
155						
160						
165						
170						
175						
180						

## EVOLUTION DES TEMPERATURES DES SOLUTIONS SUR LES ANCIENNES PLAQUES

**Cas 1 : 11 bechers par plaque**

**Plaque A  
Thermostat 4**

F	
E	G
D	H
C	I
B	J
A	K

**Plaque B  
Thermostat 5**

Q	
P	R
O	S
N	T
M	U
L	V

Plaque A	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
0	28	28	28	28	28	28	28	28	28	28	28
160 mm	163	162	186	155	182	178	183	161	185	182	157
180 mm	163	183	191	180	183	179	185	182	186	184	157

Plaque B	L	M	N	O	P	Q	R	S	T	U	V
0	28	28	28	28	28	28	28	28	28	28	28
160 mm	137	158	170	154	162	145	158	166	132	161	126
180 mm	136	163	176	175	165	148	163	170	166	165	129

**EVOLUTION DES TEMPERATURES DES SOLUTIONS  
SUR LES ANCIENNES PLAQUES  
Répétition 1**

**Cas 2 : 8 bechers par plaque**

**Plaque A  
Thermostat 3-4**

D	E
C	F
B	G
A	H

**Plaque B  
Thermostat 4**

L	M
K	N
J	O
I	P

Plaque A	A	B	C	D	E	F	G	H
0	28	28	28	28	28	28	28	28
30 mm	78	101	94	102	115	109	94	84
60 mm	112	156	151	150	163	161	141	127
90 mm	128	157	168	170	180	180	173	155
120 mm	141	165	176	151	180	175	180	183

Plaque B	I	J	K	L	M	N	O	P
0	28	28	28	28	28	28	28	28
30 mm	95	121	96	98	93	86	107	95
60 mm	124	133	128	135	120	123	132	116
90 mm	135	161	146	150	141	147	148	132
120 mm	142	164	150	155	162	152	157	148

## Répétition 2

	Plaque	Position	7 H 30 60 mm	8 H 90 mm	8 H 30 120 mm	9 H 150 mm	Thermostat 4
1)							
PETROLE	A	C	85	138	166	173	"
	A	D	92	158	180	184	"
	A	H	103	172	184	189	"
KEMPEP 1ml	A	A	104	152	175	181	"
KEMPEP 0,5 ml	A	F	108	158	175	181	"
	A	B	115	165	181	185	"
	A	G	123	176	186	190	"
KEMPEP 1ml	B	M	121	167	179	183	"
2)							
KEMPEP 2ml	A	E	70	97	124	129	"
PETROLE	B	O	83	111	143	154	"
			81	118	142	155	"
			78	107	126	142	"
KEMPEP 2ml	B	L	62	95	116	125	"
	B	K	70	106	130	139	"
	B	N	78	112	138	148	"
KEMPEP 0,5 ml			72	103	127	140	

**EVOLUTION DES TEMPERATURES (°C)  
DES SOLUTIONS DE CAOUTCHOUC**

REF.	2 H 40 60 mm	3 h 10 90 mm	3 h 40 90 mm	4 h 10 150 mm
5'	99	138	149	155
5'''1	99	138	148	154
5'2	94	139	151	159
5'''2	97	139	152	159
5''2	110	158	168	174
5'3	115	158	167	174
5''3	105	136	150	159
5'''3	115	150	162	166
L''	87	104	119	125
L'''	76	93	101	110
L''1	100	131	145	153
L'''1	84	106	120	134
L''2	116	141	154	162
L'''2	97	133	141	151
L''3I	97	128	136	143
L'''3	99	120	128	137



### **Annexe 3**

#### **Procédure d'analyse de la teneur en impuretés**

## **DETERMINATION DE LA TENEUR EN IMPURETES DANS LE CAOUTCHOUC NATUREL BRUT SELON ISO 249**

Il consiste en une estimation globale des divers débris d'origine minérale et végétale, contenus dans le caoutchouc. La méthode ne s'applique pas aux impuretés se trouvant à la surface du caoutchouc par suite d'une contamination.

### **PRINCIPE**

Il consiste en la dissolution totale du caoutchouc dans un solvant approprié. La solution obtenue est ensuite filtrée sur une toile de tamis et les résidus séchés et pesés.

### **MATERIEL**

- Erlenmeyer de 250 ml
- Verres de montre de 60 mm de diamètre
- Thermomètre digital HANNA
- Deux plaques chauffantes Prolabo à bain de sable
- Tamis de 45  $\mu$ m d'ouverture nominale de maille en toile métallique résistant à la corrosion (acier inoxydable)
- Support de tamis de 25 mm de diamètre et 20 mm de longueur au moins.
- Agitateur de verre
- Balance de précision au 1/100 mg

### **REACTIFS**

- Kérosène
- Kempep 88

### **MODE OPERATOIRE**

**Toutes les manipulations des solvants doivent être effectuées sous hotte bien ventilée.**

#### **a) - Préparation de la prise d'essai**

- Prélever sur la pièce homogénéisée selon ISO 1795, 30 g environ de caoutchouc et le passer 2 fois sans doubler la feuille, entre les cylindres d'un malaxeur de laboratoire à une température de  $27 \pm 3^\circ\text{C}$  (écartement des cylindres de  $0.5 \pm 0.1$  mm).
- Immédiatement après, peser une prise d'essai de masse 10 g. On notera  $M_0$  la masse obtenue.



### b) - Dissolution

- Filtrer le kérosène sur du papier filtre blanc de 400 mm de diamètre (réf Prolabo : 08322.756).
- Sur la paillasse de la hotte ventilée du laboratoire, préparer dans un erlen de 300 ml une solution contenant 250 ml de pétrole et 1 ml de Kempep 88 à température ambiante.
- Mettre en solution la prise d'essai précédemment découpée en petits morceaux de 1g environ à température ambiante.
- Recouvrir l'erlen avec un verre de montre et le laisser reposer 72 heures à la température ambiante du laboratoire, avant de chauffer entre 125 et 130°C pendant 3 à 4 heures (le thermostat de la plaque chauffante doit être positionné en 3 sur la plaque n° 1 et en 4 sur la plaque n° 2), jusqu'à dissolution complète. Les erlens doivent être déposés sur une plaque **froide** au départ. Il est conseillé d'agiter de temps en temps avec un agitateur de verre pendant les périodes de repos ou de chauffage afin d'améliorer la dissolution. Attention de ne pas entraîner de caoutchouc avec la baguette de verre cela fausserait tous les calculs. On doit obtenir une solution parfaitement liquide.

***NB :** l'appareillage et les conditions susceptibles de produire une surchauffe locale doivent être évités, l'excès de chauffage de la solution pouvant entraîner la formation d'une substance gélatineuse, qui rend la filtration ultérieure difficile et augmente artificiellement la teneur en impuretés.*

### c) - Filtration

- Laver les tamis et leurs supports pendant 1 heure dans du kérosène bouillant
- Les sécher 30 min à température ambiante dans un dessiccateur en verre
- Peser chaque tamis vide avec son support, à 0.1mg près et noter sa masse  $M_1$  (on utilise un tamis de 45µm d'ouverture).
- Rincer l'agitateur avec du kérosène chaud
- Le caoutchouc étant complètement dissous, décantier la solution chaude (125 < T°C < 130) au travers du tamis. Il n'est pas nécessaire d'utiliser une trompe à eau pour la filtration.

Pendant l'opération, retenir la majeure partie des impuretés dans l'erlen puis laver ce dernier avec du solvant chaud, jusqu'à ce que tout le caoutchouc ait entièrement disparu. Pendant la dernière phase de lavage, faire tomber toutes les impuretés sur le tamis. On utilisera une seringue en verre remplie de solvant chaud pour faire tomber toutes les impuretés adhérant à l'erlen. Rincer le tamis avec 100 ml de kérosène chaud.

- Mettre les tamis dans un bêcher contenant du toluène de telle sorte que le solvant affleure le haut du tamis. Porter le toluène à 60° C pendant 1 heure.
- Sortir les tamis du toluène et les laisser 15 min environ sous la hotte pour que le solvant s'évapore.
- Sécher le tamis avec le résidu, à l'étuve à 100° C durant 30 min.

- Laisser refroidir 1 heure au dessiccateur puis peser le tamis à 0.1mg près et noter sa masse  $M_2$ .

#### d) - Entretien des tamis

- Après chaque manipulation vérifier que la toile métallique n'a pas subi de dommage sinon la remplacer par une toile neuve.

*NB : les tamis peuvent être nettoyés de façon plus efficace, par un traitement aux ultra-sons.*

### EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en impuretés est exprimée en pourcentage de la masse de la prise d'essai. Elle est obtenue par le calcul suivant:

$$\text{Taux d'impuretés (\%)} = \frac{M_2 - M_1}{M_0} \times 100$$

$M_0$  = masse de la prise d'essai (g)

$M_1$  = masse du tamis vide (g)

$M_2$  = masse du tamis contenant les impuretés (g)

### RECOMMANDATIONS

- \* Pour éviter la contamination du caoutchouc, la portion homogénéisée doit être enveloppée dans du papier polyéthylène.
- \* Il faut éviter la contamination du solvant et de l'agent peptisant par l'eau. Des explosions pourraient résulter du contact eau-solvant lors du chauffage.
- \* Recommencer tout essai ayant fait apparaître du gel sur le tamis, cela pourrait entraîner une augmentation anormale du taux d'impuretés.
- \* Les impuretés ne doivent pas coller au tamis après séchage. Si tel est le cas, recommencer la manipulation.
- \* Contrôler régulièrement les toiles métalliques des tamis et remplacer toute toile ou tamis présentant des anomalies.
- \* Avant chaque série de mesures, vérifier que la balance est bien étalonnée.
- \* Le point éclair du kérosène se situe à 64° C (point flash COC) et à 48° C (point Flash PMCC) ; sa densité est de 0.801 g/cm<sup>3</sup> ou g/ml à 15° C.

## **Annexe 4**

### **Utilisation du Kempep 88**



## **PROTOCOLE**

### **MOTIVATION**

L'IRCC venant de recevoir un nouveau peptisant en provenance de Malaisie : le Kempep 88, il convient de connaître avec précision la quantité optimale à introduire dans la solution contenant le caoutchouc naturel à dissoudre. La norme utilisée - ISO 249 - faisant référence à un autre peptisant - le pepton 22 - il est très important et très utile de réaliser ce travail le plus rapidement possible. Signalons que le Kempep 88 est très utilisé et facile à trouver en Asie du Sud Est.

### **MODE OPERATOIRE**

A partir de trois qualités différentes de caoutchouc naturel on essaiera de quantifier la quantité de caoutchouc qui ne se dissout pas. On suivra la méthodologie habituellement utilisée et on mesurera la teneur en impuretés. On retiendra un plan factoriel complet pour pouvoir réaliser une étude statistique pour l'interprétation.

Facteur 1 : qualité du caoutchouc - 4 niveaux: sans caoutchouc

Qualité 5

Qualité 5L

Qualité 10

Facteur 2 : quantité de peptisant - 4 niveaux: sans kempep

0.5 ml par échantillon

1 ml par échantillon

2 ml par échantillon

On fera trois répétitions soient  $4 \times 4 \times 3$  : 48 essais.

Pour chaque échantillon on prélèvera 10 g dans une plaque passée au fin deux fois à température ambiante et que l'on mettra dans 250 ml de pétrole préalablement filtré. Le peptisant sera introduit avec le pétrole et bien homogénéisé. Après 72 heures de repos à température ambiante on notera l'aspect et la couleur de chaque échantillon.

Puis on chauffera les solutions à 130°C pendant 3 heures ; les erlens étant déposés sur une plaque froide au départ.

### **RESULTATS**

On notera l'aspect des solutions après 72 heures de repos et on calculera la quantité d'impuretés pour chacun d'eux. Une analyse statistique permettra de prouver ou pas l'influence de la quantité de Kempep sur les résultats .

# TENEUR EN IMPURETES AVEC LE SOLVANT KEMPEP 88

Solvant	N°	N° du tamis	Poids prise d'essais	Poids tamis vide	Poids tamis et Impuretés	Teneur en %
<b>REPETITION N° 1</b>						
<b>Pétrole</b>	10'	29	10,0095	22,0435	22,0471	0,036
	10"	5	10,0030	25,8074	25,5097	0,023
	10'''	15	10,0018	23,8410	23,8444	0,034
<b>Pétrole + Kempep 88 0,5 ml</b>	10' <sub>1</sub>	21	10,0067	26,0008	26,0036	0,028
	10" <sub>1</sub>	4	10,0016	25,9789	25,9815	0,026
	10''' <sub>1</sub>	9	10,0005	23,7349	23,7377	0,028
<b>Pétrole + Kempep 88 1 ml</b>	10' <sub>2</sub>	7	10,0020	25,3703	25,3721	0,018
	10" <sub>2</sub>	18	10,0047	23,4125	23,4152	0,027
	10''' <sub>2</sub>	26	10,0038	23,9551	23,9579	0,028
<b>Pétrole + Kempep 88 2 ml</b>	10' <sub>3</sub>	27	10,0058	23,6308	23,6342	0,034
	10" <sub>3</sub>	11	10,0078	23,0680	23,0700	0,020
	10''' <sub>3</sub>	30	10,0052	24,8541	24,8562	0,021
<b>REPETITION N° 2</b>						
<b>Pétrole</b>	5'	25	10,0063	25,7951	25,7965	0,014
	5"	13	10,0041	21,4365	21,4368	0,003
	5'''	1	10,0055	23,5095	23,5096	0,001
<b>Pétrole + Kempep 88 0,5 ml</b>	5'	9	10,0033	23,4127	23,4131	0,004
	5"	2	25,9515	25,9515	25,9517	0,002
	5''' <sub>1</sub>	3	10,0037	25,2878	25,2879	0,001
<b>Pétrole + Kempep 88 1 ml</b>	5' <sub>2</sub>	14	10,0037	27,2595	27,2596	0,001
	5" <sub>2</sub>	6	10,0072	22,7510	22,7511	0,001
	5''' <sub>2</sub>	23	10,0059	20,8115	10,8117	0,002
<b>Pétrole + Kempep 88 2 ml</b>	5' <sub>3</sub>	28	10,0040	26,5194	26,5201	0,007
	5" <sub>3</sub>	8	10,0091	23,1874	23,1877	0,003
	5''' <sub>3</sub>	20	10,0023	22,8500	22,8505	0,005
<b>REPETITION N° 3</b>						
<b>Pétrole</b>	L''	22	10,0033	25,7873	25,7874	0,001
	L'''	10	10,0061	23,9037	23,9051	0,014
<b>Pétrole + Kempep 88 0,5 ml</b>	L' <sub>1</sub>	24	10,0054	24,2524	24,2525	0,001
	L' <sub>1</sub>	16	10,0096	22,1480	22,1485	0,005
<b>Pétrole + Kempep 88 1 ml</b>	L'' <sub>2</sub>	12	10,0016	24,7549	24,7553	0,004
	L''' <sub>2</sub>	17	10,0043	25,9748	25,9750	0,002
<b>Pétrole + Kempep 88 2 ml</b>	L'' <sub>3</sub>	26	10,0033	23,9558	23,9559	0,001
	L''' <sub>3</sub>	13	10,0025	21,4369	21,4370	0,001

## RESULTATS D'ANALYSE

Ancienne plaque chauffante

N° Echantillons	Ref.	N° de tamis	Quantité Kempep 88 (ml)	Prise d'essais	Poids tamis vide	Poids tamis + impuretés	Taux impuretés
580	10'	28	0	10,0625	26,5116	26,5127	0,011
	10"	3	0	10,0332	25,2819	25,2831	0,012
CSK	10"	30	0	10,0204	24,8046	24,8057	0,011
10	10' <sub>1</sub>	2	0,5	10,0440	25,9258	25,9268	0,010
	10" <sub>1</sub>	21	0,5	10,0360	26,0695	26,0705	0,010
	10"" <sub>1</sub>	6	0,5	10,0227	22,6866	22,6878	0,012
	10' <sub>2</sub>	1	1	10,0737	23,4957	23,4964	0,007
	10" <sub>2</sub>	4	1	10,0845	26,0867	26,0874	0,007
	10"" <sub>2</sub>	27	1	10,0195	23,5749	23,5766	0,016
	10' <sub>3</sub>	9	2	10,0389	23,3943	23,3950	0,007
	10" <sub>3</sub>	16	2	10,0100	22,1539	22,1551	0,012
	10"" <sub>3</sub>	15	2	10,0876	23,8278	23,8288	0,010
Témoin sans caoutchouc	5 <sub>1</sub>	12	0	0	24,7970	24,7976	0,0006
	5L <sub>2</sub>	11	0,5	0	22,9974	22,9974	0,0000
	10 <sub>3</sub>	8	1	0	23,1674	23,1674	0,0000
	2 <sub>4</sub>	26	2	0	24,0144	24,0146	0,0002



## **Annexe 5**

### **Résultats des essais inter-laboratoires de Juillet 1999**



## Test de comparaison de deux tests de mesures

Références	Impuretés IRCC Moy(%)	Impuretés CIRAD Moy(%)	différence CIRAD/IRCC
A3/03	0.057	0.009	-0.048
B3/03	0.066	0.01	-0.056
C3/03	0.036	0.009	-0.027
D3/03	0.030	0.01	-0.020
E3/03	0.049	0.01	-0.039
F3/03	0.020	0.009	-0.011
AA1-5	0.110	0.027	-0.083
AB1-5	0.040	0.027	-0.013
AD1-5	0.102	0.028	-0.074
AE1-5	0.087	0.029	-0.058

moyenne -0.042900  
 écart type 0.025177  
 écart type/racine de 9 0.008392  
 moy/écart/racine de 9 -5.111823  
 tdist 0.000916

**Conclusion: différence significative entre les deux laboratoires**

Références	Cendres IRCC Moy(%)	Cendres CIRAD Moy(%)	différence CIRAD/IRCC
A3/03	0.21	0.29	0.08
B3/03	0.33	0.31	-0.02
C3/03	0.33	0.31	-0.02
D3/03	0.44	0.31	-0.13
E3/03	0.34	0.30	-0.04
F3/03	0.35	0.29	-0.06
AA1-5	0.39	0.34	-0.05
AB1-5	0.39	0.33	-0.06
AD1-5	0.39	0.35	-0.04
AE1-5	0.39	0.35	-0.04

moyenne -0.038000  
 écart type 0.051812  
 écart type/racine de 9 0.017271  
 moy/écart/racine de 9 -2.200278  
 tdist 0.058968

**Conclusion: pas de différence significative entre les deux laboratoires**

Références	Matières Volatiles IRCC Moy(%)	Matières Volatiles CIRAD Moy(%)	différence CIRAD/IRCC
A3/03	0.23	0.31	0.08
B3/03	0.24	0.31	0.07
C3/03	0.26	0.33	0.07
D3/03	0.26	0.32	0.06
E3/03	0.28	0.31	0.03
F3/03	0.30	0.30	0.00
AA1-5	0.34	0.52	0.18
AB1-5	0.34	0.49	0.15
AD1-5	0.37	0.50	0.13
AE1-5	0.32	0.46	0.14

moyenne 0.091000  
 écart type 0.057048  
 écart type/racine de 9 0.019016  
 moy/écart/racine de 9 4.785466  
 tdist 0.001381

**Conclusion: différence significative entre les deux laboratoires**

Références	P0 IRCC Moy(1/100mm)	P0 CIRAD Moy(1/100mm)	différence CIRAD/IRCC
A3/03	56	49	-7
B3/03	57	49	-8
C3/03	56	49	-7
D3/03	56	48	-8
E3/03	56	49	-7
F3/03	54	49	-5
CA1-5	39	33	-6
CB1-5	41	34	-7
CD1-5	39	35	-4
CE1-5	40	36	-4

moyenne -6.300000  
 écart type 1.494434  
 écart type/racine de 9 0.498145  
 moy/écart/racine de 9 -12.646928  
 tdist 1.44E-06

**Conclusion: différence significative entre les deux laboratoires**

Références	PRI IRCC Moy(%)	PRI CIRAD Moy(%)	différence CIRAD/IRCC
A3/03	80	78	-2
B3/03	77	73	-4
C3/03	80	73	-7
D3/03	77	73	-4
E3/03	77	71	-6
F3/03	76	73	-3
CA1-5	87	81.8	-5.2
CB1-5	71	71.4	0.4
CD1-5	85	82.4	-2.6
CE1-5	70	69.4	-0.6

moyenne -3.400000  
 ecart type 2.326657  
 ecart type/racine de 9 0.775552  
 moy/écart/racine de 9 -4.383972  
 tdist 0.002336

**Conclusion: différence significative entre les deux laboratoires**

Références	Azote IRCC Moy(%)	Azote CIRAD Moy(%)	différence CIRAD/IRCC
A3/03	0.17	0.26	0.09
B3/03	0.22	0.25	0.03
C3/03	0.25	0.27	0.02
D3/03	0.36	0.27	-0.09
E3/03	0.28	0.27	-0.01
F3/03	0.20	0.27	0.07
AA1-5	0.28	0.32	0.04
AB1-5	0.28	0.3	0.02
AD1-5	0.22	0.31	0.09
AE1-5	0.28	0.32	0.04

moyenne 0.030000  
 ecart type 0.052915  
 ecart type/racine de 9 0.017638  
 moy/écart/racine de 9 1.700840  
 tdist 0.127391

**Conclusion: pas de différence significative entre les deux laboratoires**

Références	Couleur IRCC	Couleur CIRAD	différence CIRAD/IRCC
CA1-5	5	6	1
CB1-5	5	6	1
CD1-5	5	6	1
CE1-5	6	6	0

moyenne 0.750000  
 ecart type 0.500000  
 ecart type/racine de 3 0.288675  
 moy/écart/racine de 3 2.598076  
 tdist 0.121690

**Conclusion: pas de différence significative entre les deux laboratoires**